

**METHOD AND APPARATUS FOR VAPOR GROWTH**

Patent Number: JP1175225  
Publication date: 1989-07-11  
Inventor(s): TOMIYAMA CHISATO; others: 01  
Applicant(s): FUJITSU LTD  
Requested Patent: JP1175225  
Application Number: JP19870332225 19871229  
Priority Number(s):  
IPC Classification: H01L21/205  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To stabilize a growth speed of a CVD by gasifying, at a constant speed, a raw material such as TMG, TEI, TEG or the like which is a liquid at room temperature by a method wherein a flow rate is measured in a liquid-phase state of the raw material and the raw material is gasified and supplied to a growth apparatus.

**CONSTITUTION:** Ten % solutions of triethylindium (TEI) 11 and triethylgallium (TEG) 12 are filled into containers 13, separately; a pressure is applied through pressurization pipes 4; the solutions are pushed up into delivery pipes 15 and are jetted into a gasification chamber 18 through a nozzle 17. AsH<sub>3</sub> is contained in a carrier gas; a mixed gas is fed to a reaction tube 35; an epitaxial growth operation is executed. A liquid flow meter 16 measures a flow rate; its measured result is fed back to a pressurization apparatus; the delivery amount can be kept constant.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-175225

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)7月11日

H 01 L 21/205

7739-5F

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 気相成長方法及び気相成長装置

⑮ 特 願 昭62-332225

⑯ 出 願 昭62(1987)12月29日

⑰ 発 明 者 富 山 千 里 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内⑱ 発 明 者 楠 木 敏 弘 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑲ 出 願 人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

⑳ 代 理 人 弁理士 井 柝 貞一

## 明 細 書

## 1 発明の名称

気相成長方法及び気相成長装置

## 2 特許請求の範囲

(1) 気相成長を実行するための原材料を、液相の状態で流量を制御しながら送出し、

該送出された原材料を蒸発気化させ、

該気化された原材料を気相の状態で反応装置に輸送すること

を特徴とする気相成長方法。

(2) 気相成長を実行するための原材料を、液相の状態で流量を制御しながら送出する手段と、

該送出された原材料を蒸発気化させる手段と、

該気化された原材料を気相の状態で反応装置に輸送する手段

とを備えて成る気相成長装置。

(3) 前記液状原材料を気化させる手段が、前記液状原材料を加圧して気化室に噴出させる構成であることを特徴とする特許請求の範囲第2項記載の

気相成長装置。

(4) 前記液状原材料を気化させる手段が、前記液状原材料を、該原材料の沸点以上に加熱されたキャリアガス中を落下させる構成であることを特徴とする特許請求の範囲第2項記載の気相成長装置。

## 3 発明の詳細な説明

## 〔 概 要 〕

本発明は気相エピタキシャル成長あるいはCVD処理に於ける原料供給量の制御に関し、

原料容器の形状や液面の高さに無関係に一定量の原料を供給することを目的とし、

原料が液相の状態で流量を計測し、これを気化して成長装置に供給するように構成する。

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は気相エピタキシャル成長或いは化学気相成長法(CVD)に於ける原料供給量の制御に関わるものである。以下の説明から明らかなように、本発明の対象はエピタキシャル或いは非エピ

タキシャルの如何を問わないので、本明細書で単にCVDと記した場合にはエピタキシャル成長も含まれるものとする。

CVDが半導体装置の形成に不可欠の技術であることは論を待たないが、近年、有機金属を原料とするMOCVDが重用されている。これは例えば、トリメチルガリウム(TMGe)の蒸気をキャリアガスに混じてアルシン( $AsH_3$ )と共に反応管に輸送し、加熱してGaAsをエピタキシャル成長させる、というように利用されている。

TMGeなどの有機金属は常温で液体であり、これをキャリアガスに混じるためにバブリングが行われる。この処理は、第3図に示されているように、例えばTMGe33をバブラ32に収容し、 $H_2$ などのキャリアガスをバブリングさせてTMGeで飽和させ、反応管に送り込むのである。

その場合、TMGeの輸送量はキャリアガスの流量によって決定され、キャリアガスの流量はマスフローメータのような気体流量計31によって測定制御される。また、 $AsH_3 + H_2$ のような他の原

料は容器から送出され、TMGe包含キャリアガスと一緒に反応管35に導入される。22はバルブ、34は恒温槽、36は基板、37は高周波電力を吸収して発熱するサセプタ、38は高周波コイルである。

(従来の技術と発明が解決しようとする問題点)

キャリアガス中のTMGe含有量を一定に保つため恒温槽34が用いられるが、バブリングによってキャリアガスが飽和するのはガス流量が少ない場合であり、流量が増すと不飽和の状態でTMGeを送り出すことになるので、TMGeの輸送量が正確に制御されなくなる。

本発明の目的はTMGeなどの液状原料を、正確に所定量だけ輸送する方法及び装置を提供することであり、それによって成長速度をより高精度に制御し得るCVD技術を提供することである。

(問題点を解決するための手段)

上記の目的を達成するため、本発明の気相成長方法では

精度の計測が可能である。

(実施例)

第1図は本発明の第1の実施例の構成を示す模式図である。該実施例によるCVDは次のように行われる。

2個のステンレス製の容器13の夫々にトリエチルインジウム(TEI)11とトリエチルガリウム(TEG)12が収容されている。本実施例ではこれ等の有機金属はヘキサンによって希釈され、いずれも10%の濃度になっている。

これ等の容器内空間に加圧管14を通じて $H_2$ 、或いは $N_2$ ガスで圧力を加えると、上記の有機金属溶液は送出管15内に押し上げられ、ノズル17を通して気化室18内に噴出する。ヘキサンは気化し易い溶剤であり、TEIやTEGの含有量は僅少なので、霧状に噴出した溶液は瞬時に気化して $H_2$ などのキャリアガスと混合される。

キャリアガス中には $AsH_3$ のようなV族元素の化合物が含まれており、これ等の混合気体は反

気相成長を実行するための原材料を、液相の状態で流量を制御しながら送出し、

該送出された原材料を蒸発気化させ、

該気化された原材料を気相の状態で反応装置に輸送する

ことがおこなわれる。

また本発明の気相成長装置では、

気相成長を実行するための原材料を、液相の状態で流量を制御しながら送出する手段と、

該送出された原材料を蒸発気化させる手段と、

該気化された原材料を気相の状態で反応装置に輸送する手段

とが備えられている。

(作用)

本発明の如く液状材料を取り扱う場合、液状のまま、その体積或いは体積流量を計測する方式であれば、飽和/不飽和による不安定は生じないので、正確な計測が行われる。さらに液状の場合、圧力による体積変化は殆どないので、この点からも高

応管35に送られて、所定の組成の材料がエピタキシャル成長する。第3図と同様に36は基板、37はカーボンのサセプト、38は高周波コイルである。

容器13から押し出された原料溶液は液体流量計16によって流量が測定され、測定結果は図示されない加圧装置にフィードバックされる。原料溶液の送出量は圧力差で定まるから、この制御系によって原料溶液の送出量は一定に保たれる。

本実施例では上記のように押し出し圧力によって原料の供給速度が制御されるが、有機金属の希釈率を増減し、最も制御し易い流量に合わせることで、原料供給精度を一層向上させることが可能である。

第2図は本発明の第2の実施例を示す模式図である。成長装置の構成は第1の実施例と同じなので、該図面では省略されている。

該実施例では原料であるTMGは気化室23内に滴下される。気化室内を上昇するキャリアガスはヒータ24によってTMGの沸点以上且つ分解温度以下の温度に加熱されているので、TMG滴は分

解することなく気化してキャリアガス中に混合される。

22はニードルバルブの如き微調整可能なバルブである。原料ガスの供給速度はTMGの滴下速度に対応し、これはバルブ22の開きかたで調節される。第1の実施例と同様、TMGを適当に希釈することによってTMG輸送両調整を高精度化することが出来るが、自動滴定装置に使用される滴下速度制御技術も本実施例に应用することが可能である。

該実施例では液状のTMGを一定速度で供給し、沸点以上の温度で蒸発気化させるので、飽和/不飽和には無関係となり、供給速度が安定したものとなる。

第1、第2の実施例共に、気化室から反応管までの配管は、有機金属が再度凝縮しないように加熱しておくことが望ましい。これは通常の気相成長装置でも行われていることである。

#### (発明の効果)

本発明に於いては、常温で液体であるTMG、TEI、TEGなどの原料が定速度で気化されるので、CVDの成長速度が安定なものとなる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は第1の実施例の構成を示す模式図、  
第2図は第2の実施例の構成を示す模式図、  
第3図は従来のCVD装置の構成を示す図であって、

図に於いて

11はTEI、

12はTEG、

13は容器、

14は加圧管、

15は送出管、

16は流量計、

17はノズル、

18は気化室、

21はTMG、

22はバルブ、

23は気化室、

24はヒータ、

31は気体流量計、

32はバブラ、

33はTMG、

34は恒温槽、

35は反応管、

36は基板、

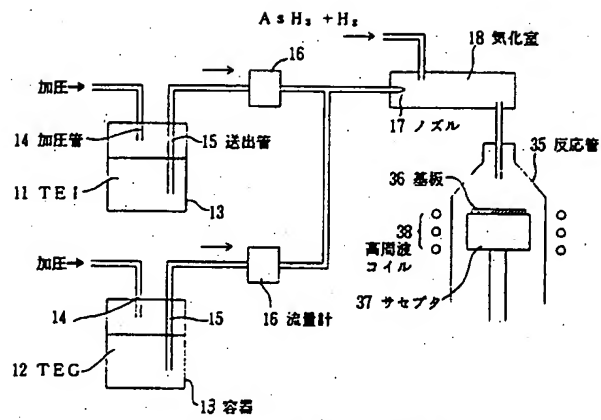
37はサセプト、

38は高周波コイル

である。

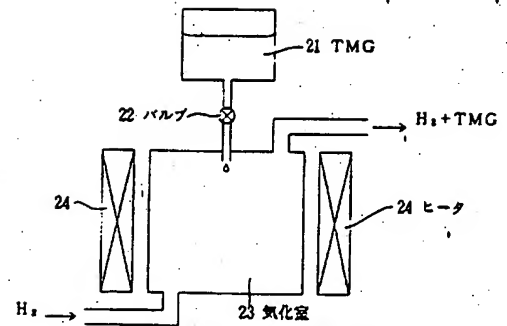
代理人 弁理士 井筒 貞一





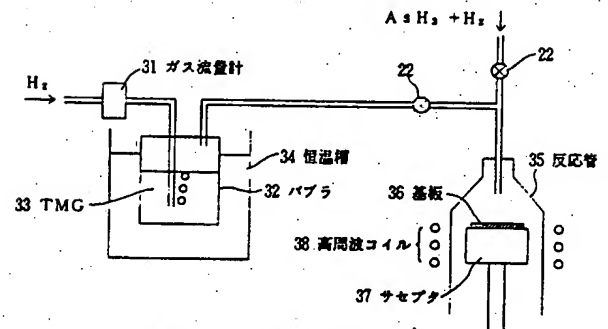
第1の実施例の構成を示す模式図

第 1 図



第2の実施例の構成を示す模式図

第 2 図



従来のCVD装置の構成を示す図

第 3 図